

⑯ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT

⑯ Offenlegungsschrift  
⑯ DE 100 54 020 A 1

⑯ Int. Cl.<sup>7</sup>:  
**D 06 M 13/342**  
D 06 M 13/02

⑯ Aktenzeichen: 100 54 020.1  
⑯ Anmeldetag: 1. 11. 2000  
⑯ Offenlegungstag: 16. 5. 2002

⑯ Anmelder:  
Cognis Deutschland GmbH, 40589 Düsseldorf, DE

⑯ Erfinder:  
Subirana, Rafael Pi, Dr., Granollers, ES; Bigorra,  
Joaquim Llosas, Dr., Sabadell, ES; Domingo, Marta,  
Barcelona, ES; Bonastre, Nuria, Barbera del Vall, ES

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

Der Inhalt dieser Schrift weicht von den am Anmeldetag eingereichten Unterlagen ab

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑯ Textilbehandlungsmittel

⑯ Vorgeschlagen werden Textilbehandlungsmittel, ent-  
haltend  
(a) Esterquats und  
(b) Paraffinwachse.

DE 100 54 020 A 1

DE 100 54 020 A 1

## Beschreibung

## Gebiet der Erfindung

- 5 [0001] Die Erfindung befindet sich auf dem Gebiet der Textilbehandlungsmittel und betrifft neue Zubereitungen zur Ausrüstung von Textilien, enthaltend Kombinationen von kationischen Tensiden und Wachsen sowie deren Verwendung.

## Stand der Technik

- 10 [0002] Esterquats finden wegen ihrer Eigenschaft, Textilien und Fasern einen angenehmen Weichgriff zu verleihen, insbesondere auch als Avivagemittel ("Softener") Verwendung. Hierbei nutzt man die Fähigkeit der kationischen Tenside aus, auf die Fasern aufzuziehen und dabei u. a. die statische Aufladung herabzusetzen, also für eine antistatische Ausrüstung zu sorgen. Durch Kombination von Esterquats mit Polyolefinwachsen, wie dies im europäischen Patent EP 0784666 B1 (Cognis) beschrieben wird, kann der Weichgriff sogar noch verbessert werden; insbesondere wird aber 15 die Friction herabgesetzt und das Bügeln der so behandelten Textilien deutlich erleichtert. Entsprechende Produkte befinden sich beispielsweise unter der Bezeichnung "Vernell Easy" bereits im Handel. Nachdem die anwendungstechnischen Eigenschaften der Produkte nicht in jedem Fall zufriedenstellend sind, hat die Aufgabe der vorliegenden Erfindung darin bestanden, neue Textilbehandlungsmittel zur Verfügung zu stellen, die hinsichtlich antistatischer Ausrüstung und Frictionminderung wirksamer als die Produkte des Stands der Technik sind bzw. mit denen gleiche Leistung bei verminderter Einsatzmenge erreicht wird.
- 20

## Beschreibung der Erfindung

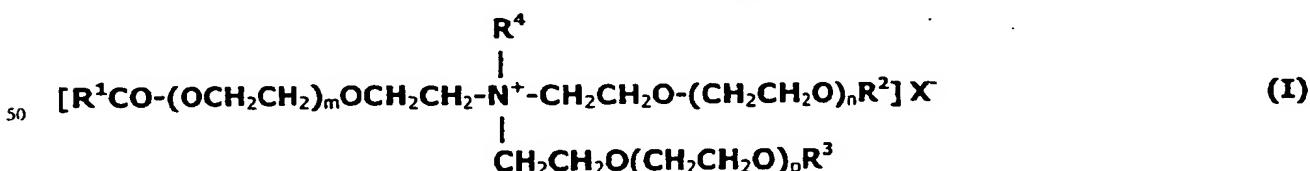
- [0003] Gegenstand der Erfindung sind Textilbehandlungsmittel, enthaltend:

- 25 a) Esterquats und  
b) Paraffinwachse.

- [0004] Überraschenderweise wurde gefunden, dass sich die neuen Textilbehandlungsmittel hinsichtlich antistatischer 30 Ausrüstung, Herabsetzung der Friction und damit Verbesserung der Bügelbarkeit gegenüber bekannten Gemischen aus Esterquats und Polyolefinwachsen signifikant überlegen erweisen.

## Esterquats

- 35 [0005] Unter der Bezeichnung "Esterquats" werden im allgemeinen quaternierte Fettsäuretriethanolaminestersalze verstanden. Es handelt sich dabei um bekannte Stoffe, die man nach den einschlägigen Methoden der präparativen, organischen Chemie erhalten kann. In diesem Zusammenhang sei auf die Internationale Patentanmeldung WO 91/01295 (Henkel) verwiesen, nach der man Triethanolamin in Gegenwart von unterphosphoriger Säure mit Fettsäuren partiell verestert, Luft durchleitet und anschließend mit Dimethylsulfat oder Ethylenoxid quaterniert. Aus der Deutschen Patentschrift DE 43 08 794 C1 (Henkel) ist überdies ein Verfahren zur Herstellung fester Esterquats bekannt, bei dem man die Quaternierung von Triethanolaminestern in Gegenwart von geeigneten Dispergatoren, vorzugsweise Fettalkoholen, durchführt. Übersichten zu diesem Thema sind beispielsweise von R. Puchta et al. in "Tens.Surf.Det.", 30, 186 (1993), M. Brock in "Tens.Surf.Det.", 30, 394 (1993), R. Lagerman et al. in "J.Am.Oil.Chem.Soc.", 71, 97 (1994) sowie I.Shapiro in "Cosm.Toil.", 109, 77 (1994) erschienen.
- 40
- 45 [0006] Die quaternierten Fettsäuretriethanolaminestersalze folgen vorzugsweise der Formel (I):

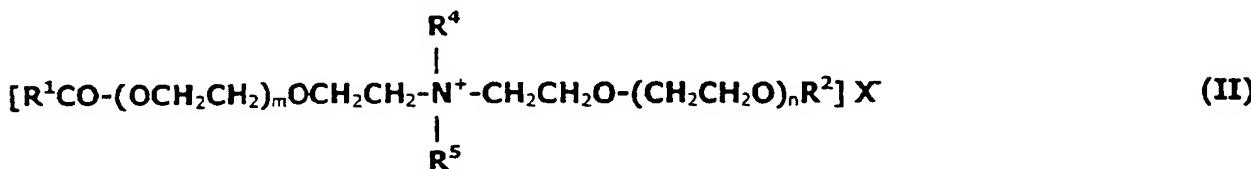


50 in der  $\text{R}^1\text{CO}$  für einen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen,  $\text{R}^2$  und  $\text{R}^3$  unabhängig voneinander für Wasserstoff oder  $\text{R}^1\text{CO}$ ,  $\text{R}^4$  für einen Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder eine  $(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_q\text{H}$ -Gruppe, m, n und p in Summe für 0 oder Zahlen von 1 bis 12, q für Zahlen von 1 bis 12 und X für Halogenid, Alkylsulfat oder Alkylphosphat steht. Typische Beispiele für Esterquats, die im Sinne der Erfindung Verwendung finden können, sind Produkte auf Basis von Capronsäure, Caprylsäure, Caprinsäure, Laurinsäure, Myristinsäure, Palmitinsäure, Isostearinsäure, Stearinsäure, Ölsäure, Elaidinsäure, Arachinsäure, Behensäure und Erucasäure sowie deren technische Mischungen, wie sie beispielsweise bei der Druckspaltung natürlicher Fette und Öle anfallen. Vorzugsweise werden technische C<sub>12/18</sub>-Kokosfettsäuren und insbesondere teilgehärtete C<sub>16/18</sub>-Talg- bzw. Palmfettsäuren sowie elaidinsäurereiche C<sub>16/18</sub>-Fettsäureschritte eingesetzt. Zur Herstellung der quaternierten Ester können die Fettsäuren und das Triethanolamin im molaren Verhältnis von 1.1 : 1 bis 3 : 1 eingesetzt werden. Im Hinblick auf die anwendungstechnischen Eigenschaften der Esterquats hat sich ein Einsatzverhältnis von 1.2 : 1 bis 2.2 : 1, vorzugsweise 1.5 : 1 bis 1.9 : 1 als besonders vorteilhaft erwiesen. Die bevorzugten Esterquats stellen technische Mischungen von Mono-, Di- und Triestern mit einem durchschnittlichen Verestergungsgrad von 1.5 bis 1.9 dar und leiten sich von technischer C<sub>16/18</sub>-Talg- bzw. Palmfettsäure (Iodzahl 0 bis 40) ab. Aus anwendungstechnischer Sicht haben sich quaternierte Fettsäuretriethanolaminestersalze der Formel (I) als besonders vorteilhaft erwiesen, in der  $\text{R}^1\text{CO}$  für einen Acylrest mit 16 bis 18 Kohlenstoffatomen,  $\text{R}^2$  für  $\text{R}^1\text{CO}$ ,  $\text{R}^3$  für Wasserstoff,  $\text{R}^4$  für eine

# DE 100 54 020 A 1

Methylgruppe, m, n und p für 0 und X für Methylsulfat steht. Entsprechende Produkte sind unter der Marke Dehyquart® AU (Cognis Deutschland GmbH) im Handel.

[0007] Neben den quaternierten Fettsäuretriethanolaminestersalzen kommen als Esterquats ferner auch quaternierte Estersalze von Fettsäuren mit Diethanolalkylaminen der Formel (II) in Betracht:



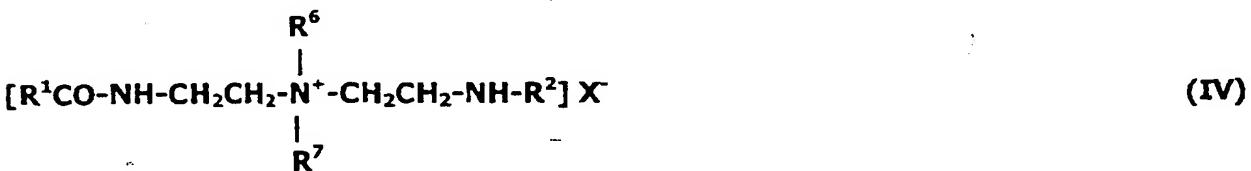
in der R<sup>1</sup>CO für einen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, R<sup>2</sup> für Wasserstoff oder R<sup>1</sup>CO, R<sup>4</sup> und R<sup>5</sup> unabhängig voneinander für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, m und n in Summe für 0 oder Zahlen von 1 bis 12 und X für Halogenid, Alkylsulfat oder Alkylphosphat steht.

[0008] Als weitere Gruppe geeigneter Esterquats sind schließlich die quaternierten Estersalze von Fettsäuren mit 1,2-Dihydroxypropylalkylaminen der Formel (III) zu nennen:



in der R<sup>1</sup>CO für einen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, R<sup>2</sup> für Wasserstoff oder R<sup>1</sup>CO, R<sup>4</sup>, R<sup>6</sup> und R<sup>7</sup> unabhängig voneinander für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, m und n in Summe für 0 oder Zahlen von 1 bis 12 und X für Halogenid, Alkylsulfat oder Alkylphosphat steht.

[0009] Des Weiteren kommen als Esterquats noch Stoffe in Frage, bei denen die Ester- durch eine Amidbindung ersetzt ist und die vorzugsweise basierend auf Diethylentriamin der Formel (IV) folgen:

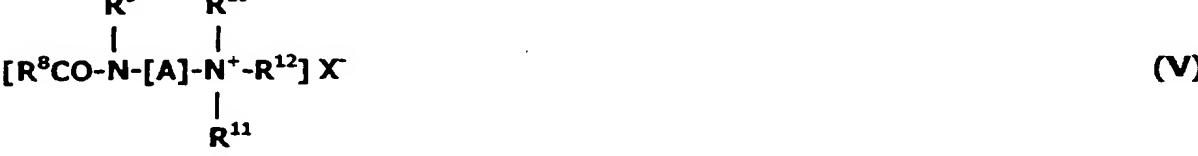


in der R<sup>1</sup>CO für einen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, R<sup>2</sup> für Wasserstoff oder R<sup>1</sup>CO, R<sup>6</sup> und R<sup>7</sup> unabhängig voneinander für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen und X für Halogenid, Alkylsulfat oder Alkylphosphat steht.

Derartige Amidesterquats sind beispielsweise unter der Marke Incroquat® (Croda) im Markt erhältlich.

[0010] Schließlich kommen als Esterquats auch Stoffe in Frage, die auf Basis von ethoxyliertem Ricinusöl oder dessen

Härtungsprodukten erhältlich sind und vorzugsweise der Formel (V) folgen:



in der R<sup>8</sup>CO für einen gesättigten und/oder ungesättigten, ethoxylierten Hydroxyacylrest mit 16 bis 22, vorzugsweise 18 Kohlenstoffatomen sowie 1 bis 50 Oxyethyleneinheiten, A für einen linearen oder verzweigten Alkylenrest mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen, R<sup>9</sup>, R<sup>10</sup> und R<sup>11</sup> unabhängig voneinander für Wasserstoff oder eine Alkylgruppe mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, R<sup>12</sup> für einen Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder einen Benzylrest und X für Halogen, Alkylsulfat oder Alkylphosphat steht.

[0011] Hinsichtlich der Auswahl der bevorzugten Fettsäuren und des optimalen Veresterungsgrades gelten die für (I) genannten Beispiele auch für die Esterquats der Formeln (II) bis (V).

[0012] Zur Herstellung der Esterquats der Formeln (I) bis (V) kann sowohl von Fettsäuren als auch den entsprechenden Triglyceriden ausgegangen werden. Ein solches Verfahren, das stellvertretend für den entsprechenden Stand der Technik genannt werden soll, wird in der europäischen Patentschrift EP 0750606 B1 (Cognis) vorgeschlagen. Ebenfalls ist es möglich, die Kondensation der Alkanolamine mit den Fettsäuren in Gegenwart definierter Mengen an Dicarbonsäuren, wie z. B. Oxalsäure, Malonsäure, Bernsteinsäure, Maleinsäure, Fumarsäure, Glutarsäure, Adipinsäure, Sorbinsäure, Pimelinsäure, Azelainsäure, Sebacinsäure und/oder Dodecanolsäure durchzuführen. Auf diese Weise kommt es zur einer partiell oligomeren Struktur der Esterquats, was sich insbesondere bei Mitverwendung von Adipinsäure auf die Kläröslichkeit der Produkte vorteilhaft auswirken kann. Entsprechende Produkte unter der Marke Dehyquart® D 6003 (Cognis Deutschland GmbH) sind im Handel erhältlich und werden beispielsweise in der Europäischen Patentschrift EP 0770594 B1 (Cognis) beschrieben. Üblicherweise gelangen die Esterquats in Form 50 bis 90 Gew.-%iger, alkoholi-

scher Lösungen in den Handel, die bei Bedarf problemlos mit Wasser verdünnt werden können.

#### Paraffinwachse

- 5 [0013] Paraffinwachse stellen handelsübliche Stoffe her, die beispielsweise im Verlauf der Aufarbeitung von Erdöldestillaten anfallen und z. B. von der BASF erhältlich sind. Typischerweise besitzen diese Wachse Molekulargewichte im Bereich von 100 bis 1000 Dalton. In der Regel gelangen sie in Form wässriger Dispersionen in den Handel, die Feststoffgehalte im Bereich von 25 bis 50 Gew.-% aufweisen. Die Lindzubereitungen können die Komponenten a) und b) im Gewichtsverhältnis 90 : 10 bis 10 : 90, vorzugsweise 75 : 25 bis 25 : 75 und insbesondere 60 : 40 bis 40 : 60 enthalten. Der  
10 Gesamtgehalt der Komponenten a) und b) kann in Summe 5 bis 80, vorzugsweise 10 bis 30 oder 50 bis 75 Gew.-% enthalten, abhängig davon, ob Konzentrate oder Anwendungsverdünnungen zum Einsatz gelangen.

#### Gewerbliche Anwendbarkeit

- 15 [0014] Nachdem die binären Mischungen geeignet sind, Fasern, Garne und Textilien dergestalt auszurüsten, dass diese leichter bügelbar sind, betrifft ein weiterer Gegenstand der Erfindung die Verwendung von Mischungen, enthaltend:

- a) Esterquats und  
b) Paraffinwachse

20 zur textilen Ausrüstung von derartigen textilen Flächengebilden. In den Textilbehandlungsmitteln können neben den Komponenten a) und b) weitere typische Hilfs- und Zusatzstoffe enthalten sein. Im einfachsten Fall handelt es sich dabei um Lösungsmittel, wie Wasser, Ethanol, Isopropylalkohol, Ethylenglycol, Propylenglycol oder Glycerin. Ebenfalls enthalten sein können Emulgatoren und weitere Wachse, bei denen es sich beispielsweise um Polyolefinwachse handeln  
25 kann.

#### Beispiele

- 30 [0015] Verschiedene Mischungen von Esterquats und Paraffin- bzw. Polyolefinwachsen wurden hergestellt und in Mengen von 0,1 Gew.-% Feststoff auf Polyester-garn aufgebracht, welches mit Geschwindigkeiten von 2 bis 200 m/min gespult wurde. Dabei wurden der Frikionswiderstands-koeffizient sowie die statische Aufladung bestimmt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 1 zusammengefaßt. Die Beispiele 1 bis 4 sind erfindungsgemäß, Beispiel V1 dient zum Vergleich.

Tabelle 1

35 Frikionswiderstand und statische Aufladung (Mengenangaben bezogen auf Feststoff als Gew.-%)

|   | 1     | 2     | 3     | 4     | V1    |
|---|-------|-------|-------|-------|-------|
| Dehyquart AU® 56<br>Dipalmylmethylmethoxymonium<br>Methosulfate | 90    | 80    | 70    | 50    | 70    |
| Polyolefinwachs <sup>1)</sup>                                   | -     | -     | -     | -     |       |
| Paraffinwachs <sup>2)</sup>                                     | 10    | 20    | 30    | 50    | 30    |
| <i>Frikionswiderstands-koeffizient <math>\mu</math></i>         |       |       |       |       |       |
| - Geschwindigkeit 2m/min  | 0,102 | 0,099 | 0,098 | 0,099 | 0,209 |
| - Geschwindigkeit 20m/min                                       | 0,138 | 0,133 | 0,125 | 0,131 | 0,265 |
| - Geschwindigkeit 100m/min                                      | 0,166 | 0,155 | 0,149 | 0,156 | 0,317 |
| - Geschwindigkeit 200m/min                                      | 0,192 | 0,184 | 0,172 | 0,181 | 0,354 |
| <i>Statische Aufladung [kV/m]</i>                               |       |       |       |       |       |
| - Geschwindigkeit 2m/min  | n.b.  | n.b.  | n.b.  | n.b.  | 0     |
| - Geschwindigkeit 20m/min                                       | n.b.  | n.b.  | n.b.  | n.b.  | -0,6  |
| - Geschwindigkeit 100m/min                                      | -4,2  | -4,0  | -3,8  | -3,9  | -9,6  |
| - Geschwindigkeit 200m/min                                      | -6,1  | -6,0  | -5,8  | -6,1  | -30,2 |

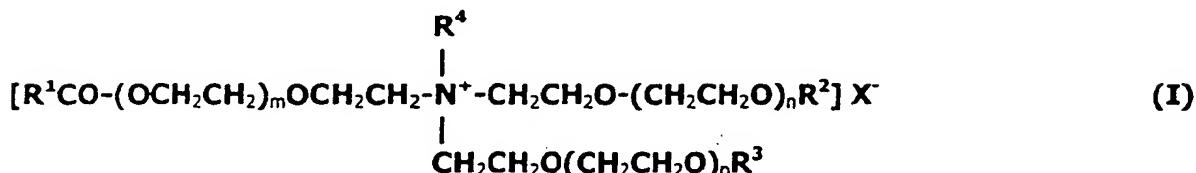
60 1) Adalin® K 2) Dispersion von Paraffinwachs (90 Gew.-%) in nichtionischen Emulgatoren

- [0016] Man erkennt, das die erfindungsgemäßen Mittel denen des Stands der Technik auf Basis von Polyolefinwachsen weit überlegen sind. So wird der Frikionswiderstand halbiert und die statische Aufladung auf ein Drittel reduziert.

1. Textilbehandlungsmittel, enthaltend:

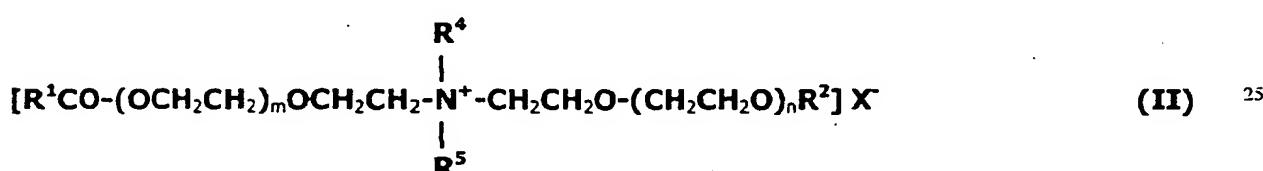
- a) Esterquats und
- b) Paraffinwachse.

2. Mittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass sie als Komponente a) Esterquats der Formel (I) enthalten:



in der  $\text{R}^1\text{CO}$  für einen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen,  $\text{R}^2$  und  $\text{R}^3$  unabhängig voneinander für Wasserstoff oder  $\text{R}'\text{CO}$ ,  $\text{R}^4$  für einen Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder eine  $(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_q\text{H}$ -Gruppe,  $m$ ,  $n$  und  $p$  in Summe für 0 oder Zahlen von 1 bis 12,  $q$  für Zahlen von 1 bis 12 und  $\text{X}$  für Halogenid, Alkylsulfat oder Alkylphosphat steht.

3. Mittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass sie als Komponente a) Esterquats der Formel (II) enthalten:



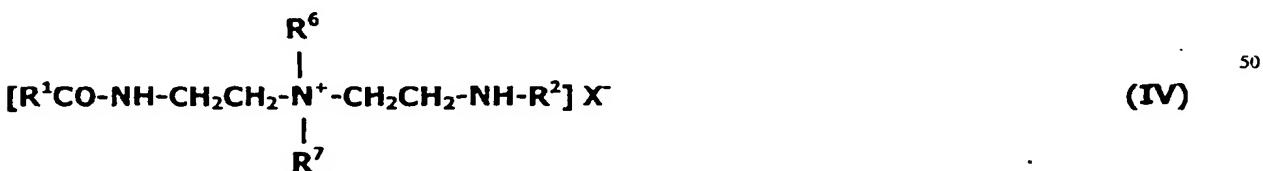
in der  $\text{R}^1\text{CO}$  für einen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen,  $\text{R}^2$  für Wasserstoff oder  $\text{R}'\text{CO}$ ,  $\text{R}^4$  und  $\text{R}^5$  unabhängig voneinander für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen,  $m$  und  $n$  in Summe für 0 oder Zahlen von 1 bis 12 und  $\text{X}$  für Halogenid, Alkylsulfat oder Alkylphosphat steht.

4. Mittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass sie als Komponente a) Esterquats der Formel (III) enthalten:



in der  $\text{R}^1\text{CO}$  für einen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen,  $\text{R}^2$  für Wasserstoff oder  $\text{R}'\text{CO}$ ,  $\text{R}^4$ ,  $\text{R}^6$  und  $\text{R}^7$  unabhängig voneinander für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen,  $m$  und  $n$  in Summe für 0 oder Zahlen von 1 bis 12 und  $\text{X}$  für Halogenid, Alkylsulfat oder Alkylphosphat steht.

5. Mittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass sie als Komponente a) Esterquats der Formel (IV) enthalten:



in der  $\text{R}^1\text{CO}$  für einen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen,  $\text{R}^2$  für Wasserstoff oder  $\text{R}'\text{CO}$ ,  $\text{R}^6$  und  $\text{R}^7$  unabhängig voneinander für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen und  $\text{X}$  für Halogenid, Alkylsulfat oder Alkylphosphat steht.

6. Mittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass sie als Komponente a) Esterquats der Formel (V) enthalten:



# DE 100 54 020 A 1

in der R<sup>8</sup>CO für einen gesättigten und/oder ungesättigten, ethoxylierten Hydroxyacryest mit 16 bis 22, vorzugsweise 18 Kohlenstoffatomen sowie 1 bis 50 Oxyethyleneinheiten, A für einen linearen oder verzweigten Alkylenrest mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen, R<sup>9</sup>, R<sup>10</sup> und R<sup>11</sup> unabhängig voneinander für Wasserstoff oder eine Alkylgruppe mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, R<sup>12</sup> für einen Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder einen Benzylrest und X für Halogen, Alkylsulfat oder Alkylphosphat steht.

5 7. Mittel nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass sie als Komponente b) Paraffinwachse enthalten, die ein durchschnittliches Molekulargewicht im Bereich von 100 bis 1000 aufweisen.

8. Mittel nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass sie die Komponenten a) und b) im Gewichtsverhältnis 90 : 10 bis 10 : 90 enthalten.

10 9. Mittel nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass sie die Komponenten a) und b) in Summe in Mengen von 5 bis 80 Gew.-% enthalten.

10 10. Verwendung von Mischungen, enthaltend:

- a) Esterquats und
- b) Paraffinwachse

15 zur textilen Ausrüstung von textilen Flächengebilden.

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65